

La storia infinita delle pressioni estremamente basse e della loro misura

When you can measure what you are speaking about, and express it in numbers, you know something about it; but when you cannot measure it, when you cannot express it in numbers, your knowledge is of a meager and unsatisfactory kind: it may be the beginning of knowledge, but you have scarcely, in your thoughts, advanced to the stage of science. -

William Thomson, Lord Kelvin

Anita Calcatelli

*Già ricercatrice dell'Istituti di Metrologia G. Colonnetti del CNR (ora INRIM)
Strada delle Cacce 73, 10135 Torino, Italia*

Lo scopo della presente nota è quello di dare un panorama storico dello sviluppo della fisica e tecnologia del vuoto e delle inter-conessioni tra la sua misura ed i metodi per ottenere pressioni estremamente basse, quindi prospettare brevemente la situazione attuale.

Introduzione

Prima di iniziare questo breve escursus storico è opportuno stabilire il parametro in base al quale faremo le nostre considerazioni: la pressione limite o ultima raggiungibile in un sistema da vuoto, inteso come un insieme di camera nella quale si vuole instaurare la condizione di vuoto, sistema di pompaggio, misuratore e tutta la componentistica che noi oggi siamo abituati ad usare o che è indispensabile per i processi che si

vogliono realizzare o studiare. La pressione ultima è la più bassa pressione prodotta e misurata in un sistema da vuoto a temperatura ambiente ed è raggiunta quando la variazione di pressione nel tempo è nulla e cioè: $dp/dt = 0$, ossia $(F + Q)/S = p_{\text{lim}}$ pressione limite, F = fughe, Q = degassamento totale ed S_p = velocità di pompaggio¹.

Per ridurre p_{lim} si deve aumentare S o rendere minimi L , Q . Il valore di p_{lim} può essere condizionato per esempio dalla diminuzione della velocità di pompaggio al diminuire della pressione o dalla incapacità dei vacuometri di misurare pressioni basse, o dalle interazioni tra le

¹Essendo l'equazione per un sistema da vuoto di volume V : $-V dp/dt = S_p - F - Q$. Q , che è dagassamento totale, può avere varie componenti (degassamento da parti riscaldate, diffusione di gas attraverso le pareti coinvolte e quindi emissione nell'ambiente, dagassamento stimolato da elettroni, ioni e fotoni).

superficie coinvolte e l'ambiente in vuoto e tra il misuratore stesso e l'ambiente in vuoto.

La creazione artificiale del vuoto è un vecchio problema, ma solo nella seconda metà del ventesimo secolo sono stati compiuti grandissimi progressi nell'ottenimento e nella misurazione di vuoti sempre più spinti. Oggi si raggiungono pressioni anche inferiori a 10^{-10} Pa in particolari ambienti². La forte spinta migliorativa è derivata non solo da esigenze puramente scientifiche ma anche da precise richieste di alcuni settori della tecnologia (come quelli relativi alla produzione di film sottili per l'elettronica, televisori, monitor, camere di simulazione spaziale, conservazione degli alimenti, acceleratori di particelle, applicazione dei plasmi, ecc.). La tecnica di produzione del vuoto si applica quindi ad un grande numero di impianti con scopi e necessità di livelli di vuoto molto diversi. Lo sviluppo nel tempo della tecnologia del vuoto e dei concetti fisici che la sottendono è stato limitato da vari fattori. Nei primi cento anni dopo l'esperienza di Torricelli il maggior problema era rappresentato dalle fughe e gran parte degli sforzi erano rivolti a rendere migliori (e più facili da usare) le pompe piuttosto che ridurre il livello di vuoto. Ciò anche per mancanza di applicazioni. Come scrisse il Prof. Scandone nel lontano 1968 [1] "senza la scienza e la tecnica del vuoto non si sarebbe sviluppato il più dinamico campo della fisica del XX secolo: l'elettronica e le sue numerose applicazioni". In un dato periodo storico, dunque, il vuoto ultimo è principalmente determinato dallo stato della tecnologia esistente in quel periodo; la spinta a migliorare il vuoto limite è la conseguenza delle necessità della ricerca scientifica e delle applicazioni industriali. Fin dall'origine i concetti di vuoto e di pressione atmosferica erano appaiati e gli esperimenti volti a spiegare l'una mostravano anche l'esistenza dell'altro.

²La pressione è una grandezza derivata del Sistema Internazionale di unità di misura definita come forza che agisce sull'unità di superficie e pertanto è misurata in newton al metro quadrato e cioè in pascal (simbolo: Pa).

Gli anni dell'acquisizione dei concetti di base di vuoto e la demolizione alquanto difficile dei preconcetti (1643 - 1669)

Per chi vive nel XX secolo la pressione atmosferica è una nozione elementare, ammessa senza difficoltà. È ugualmente noto il concetto di vuoto, assenza di aria atmosferica, soprattutto nella nostra era spaziale. Ma non è sempre stato così e si è dovuto attendere il secolo XVII perché queste due nozioni complementari fossero messe in evidenza. Prima di quel secolo, e fin dall'antichità, il vuoto era una nozione teorica, oggetto di controversie tra filosofi-scienziati. Presso i greci, come è noto, si ebbero due scuole. Una, rappresentata da Democrito d'Abdera (~ 460-360 a.C.), concepiva l'esistenza del vuoto in un modo molto prossimo a quello dei fisici dei giorni nostri. L'altra, rappresentata da Aristotele (384-322 a.C.), in contrasto con le teorie democritee negava l'esistenza del vuoto in base a considerazioni di meccanica. La sua teoria unitamente alla visione globale dell'universo ebbe un grande successo per più di venti secoli. Vanno ricordati altresì i lavori della scuola Alessandrina sulla meccanica dei fluidi, ad esempio i due libri di "pneumatica" di Erone d'Alessandria (I o II sec d.C.), che fanno supporre che già a quell'epoca fossero state concepite se non addirittura costruite le prime pompe da vuoto. Nei secoli seguenti l'opera di Aristotele divenne una specie di complemento della Bibbia e ci si "dimenticò" di Democrito e degli Alessandrini. Alcuni pensatori intuirono la nozione di pressione atmosferica ma gli scolastici, nella loro interpretazione della "Fisica" di Aristotele, imposero lo slogan "natura abhorret a vacuo".

Il problema del vuoto tornò in primo piano con Galileo e la sua scuola [2, 3, 4, 5, 6]. Qui considereremo dapprima tre personaggi di indiscussa rilevanza per le acquisizioni metodologiche e concettuali: Evangelista Torricelli (1608-1647), Blaise Pascal (1623-1662) e Otto von Guericke (1602-1686) [7], anche se in questo percorso si darà spazio ad altre conquiste, non solo in quel secolo, meraviglioso sotto molti aspetti e precipuamente in quello scientifico, che fu il 1600.

Torricelli, Pascal, von Guericke sono tre no-

mi tra i molti importanti per quanto concerne la comprensione del fenomeno "atmosfera"; ad essi si associano esperimenti che rappresentano pietre miliari per i successivi sviluppi:

- la misura della pressione atmosferica (esperimenti di Torricelli);
- la variazione della pressione atmosferica con l'altitudine (esperimenti di Pascal-Périer sul Puy de Dome);
- l'applicazione di una pompa da vuoto per realizzare condizioni di rarefazione e dimostrare la "forza dell'aria" (vari esperimenti di Otto von Guericke tra cui quello dei famosi emisferi di Magdeburgo)³

Tutti e tre questi esperimenti appartengono al diciassettesimo secolo in cui le due nozioni complementari "pressione atmosferica" e "vuoto" divennero fatti scientifici supportati dall'esperienza e si posero le basi per risolvere la controversia sull'esistenza del vuoto [8]. Infatti gli anni dal 1640 al 1650 furono fondamentali, in questo come in molti altri campi, per la dimostrazione dell'esistenza della pressione atmosferica e della possibilità di produrre condizioni di vuoto.

L'esperimento di Torricelli

L'esperienza di Torricelli (1608-1647) viene in genere localizzata nel 1643 ed è considerata come il punto di partenza per la definizione del vuoto residuo. È ancora incerto chi fu il costruttore del primo barometro; probabilmente il primo esperimento fu quello condotto da Gasparo Berti (1600-1643) [8] che costruì ed utilizzò un barometro ad acqua (Fig. 1). Sicuramente il Viviani ed il Torricelli dimostrarono sperimentalmente l'esistenza della pressione atmosferica e del vuoto.

Le premesse erano già state poste da tempo e tutti gli ingegneri che si occupavano del trasporto dell'acqua (per esempio sulle colline di Genova) o della sua eliminazione dalle miniere avevano a che fare con l'altezza massima della colonna d'acqua in tubature verticali.

³Otto von Guericke non fu solo scienziato multiforme ma anche politico.

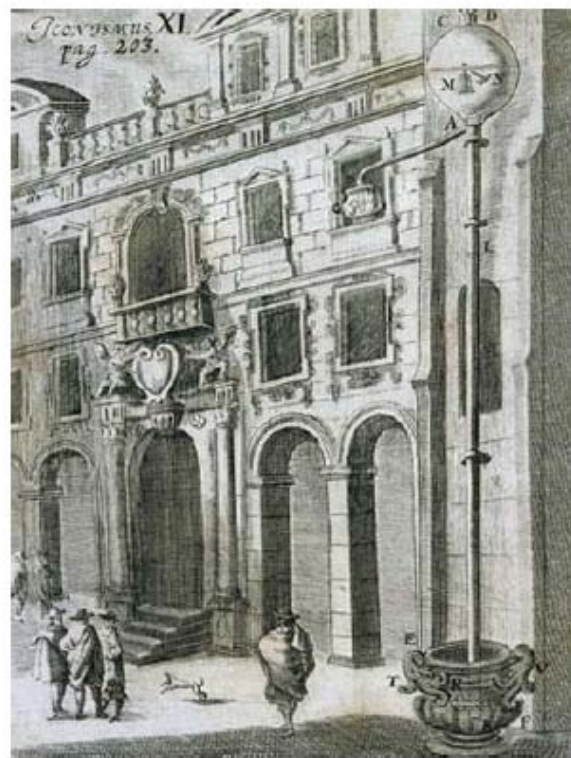


Figura 1: Esperimento di Gaspare Berti presso il Convento dei Minimi sul Pincio a Roma, descritto da Gaspar Schott, "Technica curiosa, sive Mirabilia artis", Würzburg 1664.

Molti scienziati ne avevano tentato la spiegazione preparando così il terreno per l'esperimento di Evangelista Torricelli che succedette a Galileo, quand'egli morì l'8 gennaio 1642, come professore di matematica al servizio del Granduca di Toscana [2, 9, 10]. Probabilmente Evangelista Torricelli non fu l'inventore del barometro, ma aveva idee chiare sul concetto di pressione dell'aria.

Egli progettò un esperimento nel 1644 (Fig. 2)⁴, probabilmente eseguito in precedenza da Viviani, in grado di evidenziare variazioni della pressione dell'aria e di produrre il vuoto.

Questo esperimento molto noto dimostrava chiaramente che lo spazio al di sopra del mercurio, quando la colonna veniva capovolta al-

⁴Nella lettera, tra l'altro, si legge: ... Noi abbiamo fatti molti vasi di vetro come i seguenti A e B grossi, e di collo lungo due braccia, questi pieni di argento vivo poi serratagli con un dito la bocca e rivoltati in un vaso dove era l'argento vivo C si vedevano votarsi e non succeder niente nel vaso che si votava; il collo però AD restava sempre pieno all'altezza di un braccio, e un quarto, e un dito in più..



Figura 2: Lettera di Torricelli al suo amico M. Ricci (11 Giugno 1644).



Figura 3: Esperimento di tipo torricelliano eseguito a Roma nel 1645 (da E. Maignan "Cursus philosophicus", Toulouse, 1655 e "Breve storia della Meteorologia a Firenze dalle origini ad oggi", Edito da G. Maracchi, Firenze, 1991, pp. 12).

l'interno di un recipiente contenente anch'esso mercurio, era vuoto.

Il livello del mercurio era indipendente dal volume sopra di esso (Fig. 3). Nonostante l'evidenza molti "aristotelici" non volevano credere

che vi fosse il vuoto⁵.

L'esperimento di Blaise Pascal

Mentre alcuni negavano semplicemente che vi potesse essere il vuoto all'interno del tubo barometrico altri avanzavano l'ipotesi che, nello spazio apparentemente vuoto al di sopra del mercurio, vi fosse una sostanza molto tenue (matière subtile), o "spirito", proveniente dall'interno del mercurio che attraeva il liquido stesso tenendolo sollevato nel tubo. Blaise Pascal (1627-1686) compì nel 1648 un esperimento definito "uno dei più grandi momenti nella storia delle idee" [5, 10]. Nell'esperimento progettato da Pascal, e messo in pratica da suo cognato F. Périer, un barometro e 4 kg di mercurio furono portati sul Puy de Dôme (vulcano estinto situato nel Massif Central in Francia, avente un'altitudine sul livello del mare di 1645 m). Quando il barometro fu sistemato sulla cima della montagna, la colonna di mercurio risultò essere 7,5 cm più corta dell'altezza di una colonna simile posta alla base e tenuta continuamente sotto osservazione. Questo esperimento, ripetuto cinque volte sulla cima e alla base della montagna, costituì una pietra miliare per stabilire che la pressione dell'aria è una realtà ed inoltre che essa varia con l'altitudine con la conseguenza di dimostrare che esiste un "vuoto naturale".

Il 15 novembre 1647 B. Pascal scrisse al cognato F. Périer

Si tratta di fare l'ordinaria esperienza del vuoto diverse volte nello stesso giorno, in un medesimo tubo, con lo stesso argento vivo, sia in basso che sulla cima di una montagna ... per provare se l'altezza dell'argento vivo sospeso nel tubo si troverà uguale o differente ... se avviene che l'altezza dell'argento vivo sia minore in alto che in basso della montagna ne seguirà necessariamente che la pesantezza e la pressione dell'aria è la sola causa di questa sospensione dell'argento vivo e non l'orrore del vuoto, poiché è ben certo che c'è molta più aria che pesa sul piede della montagna che non sulla sommità ...

E il 22 settembre 1648 di F. Périer scrisse a B. Pascal

... noi fummo dunque quel giorno tutti insieme sulle

⁵Per una sintesi del pensiero aristotelico sul concetto di tempo e di spazio vedasi il testo di C. Rovelli, "L'ordine del tempo" ed. Adelphi, 2017 pag. 64.

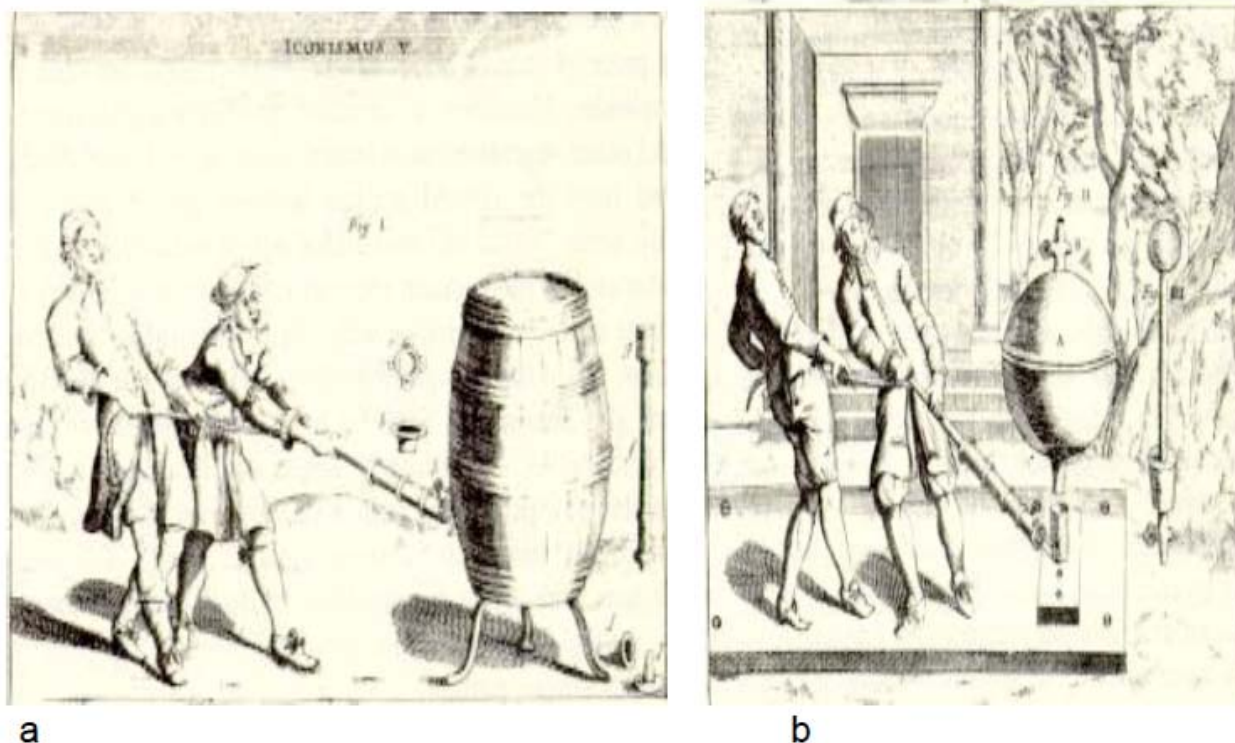


Figura 4: Esperimenti progettati da Otto von Guericke ed eseguiti nel 1640 (da "History of Vacuum Science and Technology", Edito da T.E. Madey, W.C. Brown, American Vacuum Society, 1984, pp 10): a il vuoto nella botte di legno; b il vuoto in un contenitore sferico di rame.

otto del mattino nel giardino dei Padri Minimi che è quasi il luogo più basso della città, ove fu iniziata l'esperienza. ... lasciai uno di questi tubi nel suo catino in esperienza continua e segnai sul vetro il livello dell'argento vivo. ... andai con tutti quei signori in alto del Puy de Dome elevato sopra i Minimi circa 500 tese⁶ ... si trovò che in tale tubo l'altezza dell'argento vivo era di 23 pollici 3 linee e mezza ... quindi tra le altezze dell'argento vivo vi era una differenza di 3 pollici, 1 linea e mezza. ... feci ancora altre cinque volte assai esattamente ... e si trovò sempre in tutte queste esperienze la stessa altezza dell'argento vivo ...

Questo è un ottimo esempio di metodo sperimentale. Pascal nei suoi molteplici esperimenti mise in evidenza tra l'altro la dipendenza del livello del liquido dalla densità, già per altro intuita dal Torricelli; infatti, utilizzando mercurio, olio ed acqua, stabilì che il rapporto delle altezze è inversamente proporzionale al rapporto delle densità.

⁶La tesa (toise) unità di misura di lunghezza utilizzata in Francia prima del 1799 ed è pari a circa due metri, 1.949 m

Otto von Guericke: la pompa trasportabile e gli esperimenti di Magdeburgo

L'invenzione della pompa ad aria ad opera di Otto von Guericke fu definita dal W.E.K. Middleton [2, 5] una delle quattro più grandi invenzioni tecniche del secolo (insieme con il telescopio, il microscopio ed il pendolo). Egli condusse esperimenti sul vuoto molto spettacolari anche nelle piazze e li descrisse tutti, unitamente alle sue idee sul cosmo, nell'opera "Experimenta Nova (ut vocantur) Magdeburgica de Vacuo Spatio". Intorno al 1640 egli collegò una pompa ad acqua ad una botte di legno riempita d'acqua per vedere se, dopo aver pompato via l'acqua, rimaneva uno spazio vuoto. Quando, per l'azione della pompa (Fig. 4 a), l'acqua fu completamente estratta si sentì il rumore dell'aria che penetrava attraverso i pori del legno.

In un altro esperimento famoso lo scienziato attaccò la pompa ad un recipiente di rame (Fig. 4 b), questa volta non riempito d'acqua. Quando l'aria fu pompata via la sfera implode e Otto

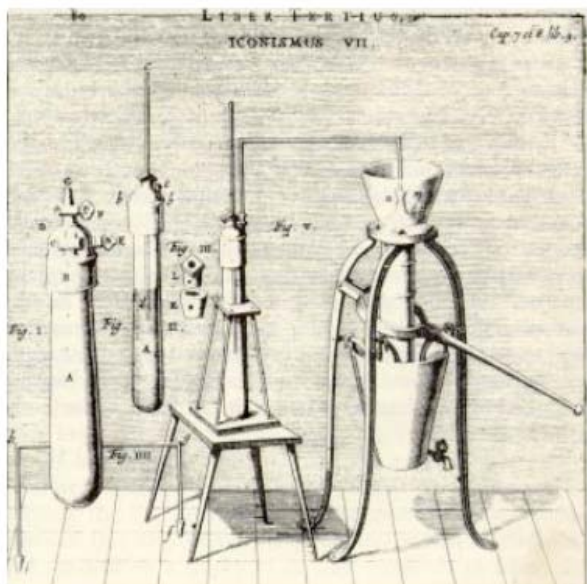


Figura 5: Pompa trasportabile di Otto von Guericke usata per gli esperimenti di Magdeburgo (da "History of Vacuum Science and Technology", Edito da T.E. Madey, W.C. Brown, American Vacuum Society, 1984, pp 18)



Figura 6: Esperimento progettato da Otto von Guericke per determinare la forza necessaria per separare gli emisferi, ovvero "il peso dell'aria" (da "Adventures in vacuums", Edito da M. J. Sparnaay, Elsevier Science Publishers B.V., 1992, pp. 6)

von Guericke ne attribuì la causa alla pressione

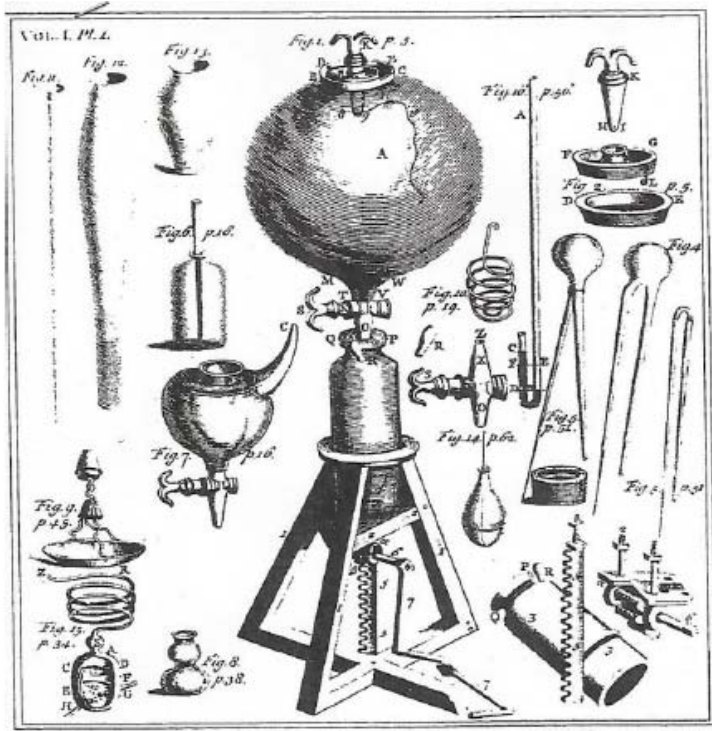
atmosferica e a una non perfetta sfericità del recipiente. Il problema fu risolto costruendo un recipiente "perfettamente" sferico. Egli apportò varie modifiche e miglioramenti alla sua pompa (Fig. 5) e, con i suoi esperimenti, riuscì a formulare delle ipotesi sull'origine di alcuni fenomeni meteorologici, ad esempio che vento e tempeste potessero essere causati da differenze nella pressione atmosferica [2, 10].

Nella Fig. 6 è rappresentato un altro esperimento di Otto von Guericke, cioè il tentativo di separare i due emisferi applicando dei pesi per ricavare anche un valore approssimato delle forze in gioco. Otto von Guericke, informato degli esperimenti di Torricelli, ne condusse per proprio conto osservando il formarsi delle bolle di mercurio che erano ben visibili all'interfaccia tra il vetro ed il mercurio. Egli osservò che bolle di aria fuoriuscivano dal mercurio il cui livello diveniva inferiore di quello iniziale e ciò lo portò ad avanzare l'ipotesi dell'esistenza della "molla dell'aria".

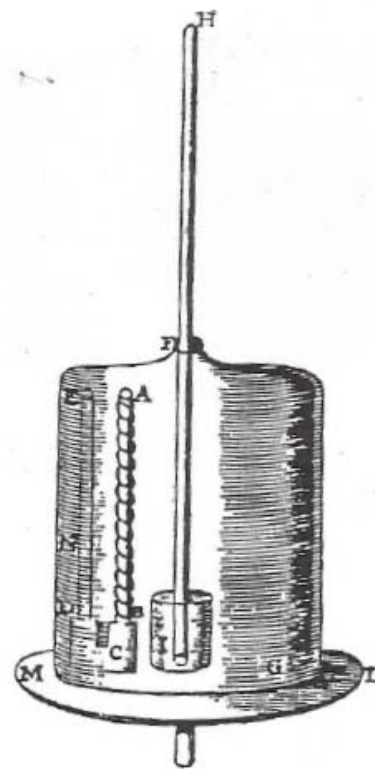
Dal 1660 al circa il 1850

Boyle apportò molte modifiche alla pompa a pistone di von Guericke che utilizzò in molti esperimenti (Fig. 7) che lo portarono a stabilire importanti leggi dei gas tra cui la famosa relazione che lega pressione e volume a temperatura costante dando così l'avvio all'impianto della teoria cinetica dei gas. Infine Robert Boyle misurò il vuoto (≈ 85 Pa) con un manometro a mercurio collegato ad una campana svuotata con una pompa a pistone. 85 Pa era, dunque, la pressione ultima raggiungibile (o misurabile) a quell'epoca. Egli, probabilmente, usò per primo il termine barometro [2, 5].

Gli esperimenti sul vuoto venivano interessando sempre di più il pubblico e quindi venivano eseguiti sulle piazze (emisferi di Magdeburgo) o in riunioni non solo di scienziati dopo cena (le famose after dinner demonstrations); per esempio, nel 1665, Sam Pepys (memorialista) nel suo diario dice di aver partecipato ad una seduta della Royal Society... "there did see a kitlin killed almost quite (but that we could not quite kill her) with sucking away the ayre out of a receiver where she was put- and then the ayre being let in upon her, revives her immediately ... Thence



a



b

Figura 7: a- Pompa a pistone costruita da R.Hook usata anche da R. Boyle al 1660; b- misuratore di vuoto a colonna utilizzato da R. Boyle nelle prime misurazioni di pressioni sub-barometriche: in una campana di vetro, cui era collegata una pompa del tipo a, era saldato un tubo di vetro capovolto in un contenitore di mercurio posto all'interno della campana stessa.

home, and thence to Whetehall where the house full of Dukes going tomorrow; and thence to St James ... " [7]. Era diventato molto comune eseguire questi esperimenti con gli animaletti, tanto che si hanno quadri del seicento in cui vengono messi in vuoto rane o piccoli pappagalli per poi ri-immettere l'aria ambiente appena in tempo per rianimarli (vedasi il quadro Joseph Wright of Derby "Experiment on a bird on the air pump"). In realtà per duecento anni ci si occupò principalmente delle proprietà meccaniche del vuoto e quindi una pressione ultima di qualche centinaio di pascal era sufficiente; sforzi erano piuttosto rivolti a rendere più maneggevoli le pompe piuttosto che ad abbassare il livello di vuoto.

La prima pompa da vuoto a due pistoni fu realizzata da 1704 da Francis Hawksbee(1660-1739 (Fig. 8) [11] ma si dovette aspettare fino al 1850 perché una versione di questa pompa venisse commercializzata; anzi, nel 1850, alla grande esposizione di Londra, fu dato il primo premio

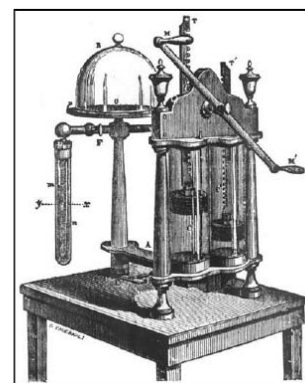
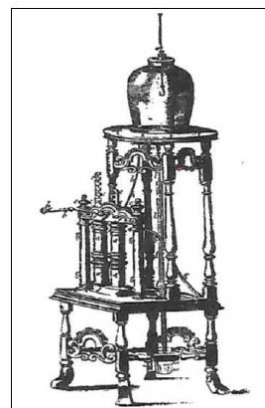


Figura 8: Pompa a due pistoni di Francis Hawksbee (1705). (F. Hawksbee, "Physico-Mechanical Experiments" (London, 1719); b pompa a due pistoni di tipo commerciale [9].

ad una pompa a due pistoni di tipo commerciale che poteva raggiungere un valore di p_{lim} di 13 Pa, solo sei volte più bassa della pressione ultima raggiunta da Boyle.

Altri sperimentatori, tra cui il già citato Robert Hook (1635 - 1702) e Denis Papin (1647 - 1714),

proposero e perfezionarono nuovi tipi di pompe da vuoto. Dotate di uno o due cilindri azionati da un manubrio, una staffa o un sistema di ruote dentate e cremagliera; esse divennero fra gli apparecchi più importanti dei gabinetti di fisica. Contemporaneamente si moltiplicarono le esperienze e le dimostrazioni "pneumatiche" come quella che doveva dimostrare che i suoni non possono propagarsi nel vuoto. Le prime osservazioni sulle scariche elettriche nei gas rarefatti furono rese possibili proprio dalla disponibilità di queste pompe. In quasi duecento anni il vuoto ultimo non si era ridotto di molto per due ragioni:

- non vi erano state richieste di pressioni più basse da parte degli sperimentatori
- il sistema di misura, manometro a mercurio, non consentiva di misurare pressioni inferiori a una sessantina di Pascal.

Intanto incominciavano a comparire i primi sistemi per la misura della pressione arteriosa. Infatti nel 1733 venne pubblicata una descrizione di una misurazione della pressione in una cavalla in cui un tubo veniva inserito direttamente nella carotide e si misurava l'altezza raggiunta dal sangue del povero animale [12].

Un periodo molto fecondo: dal 1850 al 1900

Tra il 1850 ed il 1900 sotto la spinta di importanti applicazioni emergenti (lampade elettriche, tubi elettronici, ...) si ebbero molti miglioramenti nella tecnologia del vuoto dovuti a parecchi sperimentatori. Nel 1855 Julius Plucker (1801-1868) dell'università di Bonn fece costruire da H. Geissler (1814-1879)⁷ una pompa da vuoto in vetro che usava il mercurio come pistone per fare esperimenti di scarica nei gas a bassa pressione [13]. Questo fu il punto di partenza delle ricerche di metodi e mezzi per raggiungere vuoti sempre più spinti. Infatti nel 1862 A. Toppler apportò modifiche alla pompa di Geissler e nel 1865 H. T. P. Sprengel⁸ (1834-1906) costruì una pompa in cui un treno di gocce di mercurio intrappolava il gas in un tubo di vetro e lo trascinava via. Pro-

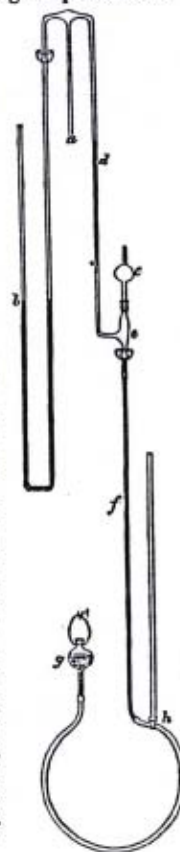
⁷Fu un famoso fisico tedesco e bravissimo soffiatore del vetro.

⁸Sprengel descrisse le sue ricerche in "Researches on the Vacuum" alla Chemical Society in 1865.

XVI. *Apparatus for Measurement of Low Pressures of Gas.* By Professor M'LEOD, Indian Civil-Engineering College, Cooper's Hill*.

THIS apparatus was devised for estimating the pressure of a gas when its tension is so low that the indications of the barometer cannot safely be relied on, unless indeed a very wide barometer and an accurate cathetometer be employed. The method consists in condensing a known volume of the gas into a smaller space and measuring its tension under the new conditions.

The form of the apparatus is the following:—The tube *a* communicates with the Sprengel, and with the apparatus to be exhausted; *b* is a siphon-barometer with a tube about 5 millimetres in diameter; and the principal parts of the measuring-apparatus consist of *c*, a globe of about 48 cubic centims. capacity with the volume-tube at the top, and *d* the pressure-tube; these two are exactly of the same diameter, to avoid error from capillarity. The tube at the bottom of the globe is ground into a funnel-shaped portion at the top of the wide tube *e*; and to the side of the latter the pressure-tube *d* is joined. The volume-tube at the top of the globe is graduated in millimetres from above downwards, the lowest division in this particular apparatus being 45; the pressure-tube *d* is also graduated in millimetres, the 0 being placed at the level of the 45th division on the volume-tube. A ball-and-socket joint connects the bottom of *e* with a vertical tube *f* about 800 millims. long, which is connected at its lower extremity by means of a flexible tube with the mercury-reservoir *g*; a stopcock at *h* permits the regulation of the flow of mercury into the apparatus; this may be conveniently turned by a rod, so that the operator may watch the rise of



* Read before the Physical Society, June 13, 1874. Communicated by the Society.

Figura 9: Descrizione fatta nel 1874 da McLeod del suo misuratore di vuoto a compressione.

prio una pompa di Sprengel fu utilizzata (1870) da W. Crookes [14] per raggiungere un vuoto da lui definito come "approaching perfection". Naturalmente egli agì anche sui materiali e infatti sostituì tubi di gomma con sistemi tutti in vetro.

Fino a questo momento gli strumenti di misura erano essenzialmente basati sulla colonna torricelliana, ma nel 1874 H. McLeod pubblicò [15, 16] la descrizione (Fig. 9) del vacuometro a compressione poi noto semplicemente come McLeod in teoria in grado di misurare vuoti anche dell'ordine di $(10^{-2} - 10^{-3})$ Pa. Questo misuratore è basato sulla compressione del gas residuo in un volume noto e la pressione così incrementata può essere misurata con la colonna. La pressione incognita si ricava applicando la legge di Boyle. Alla fine del 1870 si localizza l'inizio delle grandi applicazioni industriali [17]; Edison costruì le lampade a incandescenza che necessitavano di

condizioni di vuoto (con due pompe di Sprengel e una pompa di Geissler raggiunse vuoti dell'ordine di 10^{-1} Pa, misurato con un McLeod). Incominciarono a presentarsi problemi con i gas condensabili. Nel 1892 H. Fleuss (1851-1932) costruì pompe a pistone solido con tenute a olio e nel 1894 G. W. A. Kahlbaum ottenne pressioni dell'ordine di 10^{-4} Pa. Così in pochi anni intorno al 1900 si migliorarono le pompe a pistone metallico lubrificato a olio (che fa anche tenuta), si costruirono valvole, si incominciarono ad azionare queste pompe con motori elettrici da poco inventati. Agli inizi del 1900 si realizzarono pressioni di circa 10^{-3} - 10^{-4} Pa, sempre misurate con dei McLeod, cioè p_{lim} fu ridotta di sei ordini di grandezza in cinquant'anni. Il miglioramento continuo era in gran parte il risultato dei bisogni dell'industria delle lampade elettriche; d'altra parte alcune fondamentali scoperte scientifiche furono possibili grazie al raggiungimento di vuoti "spinti", per esempio la scoperta, nel 1897, dell'elettrone da parte di J. J. Thomson (1865-1940).

In questo periodo il grande miglioramento nella pressione ultima raggiungibile è dovuto a:

1. riduzione delle fughe mediante l'impiego di sistemi completamente in vetro;
2. riduzione del degassaggio mediante trattamento termico dei sistemi in vuoto;
3. miglioramento delle caratteristiche delle pompe.

Intorno alla metà del 1800 si situano studi e realizzazioni di misuratori di tipo meccanico come i manometri di tipo Bourdon⁹ [18] e, all'inizio del ventesimo secolo, i misuratori meccanici a membrana che, con lo sviluppo dell'elettronica sia per i sensori sia per le unità di controllo, divennero i ben noti CDG (Capacitance Diaphragm Gauges) che sono i più diffusi misuratori di vuoto di elevata precisione [19] in grado di coprire l'intervallo di pressioni dall'atmosfera a circa 10^{-2} Pa con vari tipi di sensori. Questi misuratori, resi disponibili da alcune industrie, sono oggi ampiamente usati come strumenti secondari di

⁹Eugène Bourdon (1808 -1884), ingegnere e orologiaio francese, inventò il misuratore di pressione che da lui prese nome

riferimento [20] per confrontare tra loro impianti primari di istituti metrologici [21].

Dal 1900 a oggi: le tecnologie del vuoto entrano nel commercio

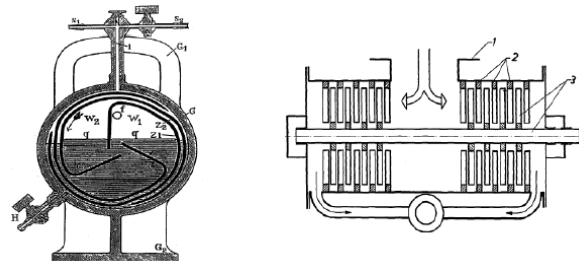


Figura 10: Pompe ideate da Gaede: A sinistra pompa rotativa a mercurio (1905), a destra schema di pompa molecolare (1913) [7].

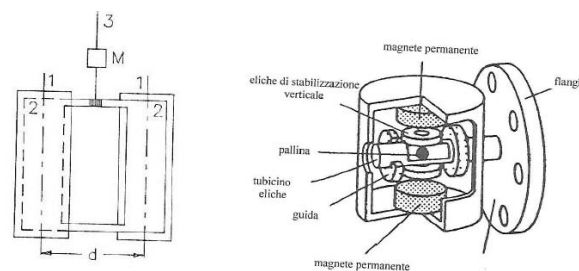


Figura 11: Sinistra: schema di vacuometro radiometrico di Knudsen (3 filo di sospensione, M specchietto, 1 due piatti molto sottili collegati tra loro e sospesi con il filo, 2 piatti simili a 1 ma riscaldabili). Destra: schema di spinning rotor attualmente in uso [25, 26].

Nei primi venti anni del ventesimo secolo il grande avanzamento nella tecnologia del vuoto è dovuto a due personaggi come W. Gaede (1878-1945) [22] in Germania e I. Langmuir in USA (1881-1957) [2, 3].

Infatti, nel 1905 Gaede inventò e brevettò la pompa rotativa a mercurio, che poteva produrre vuoti dell'ordine di 10^{-3} Pa (per l'industria delle lampadine elettriche e dei tubi elettronici) e nel 1914 inventò la pompa molecolare con la quale si potevano raggiungere pressioni nel campo di 10^{-5} Pa. Egli così scriveva: "Il gas viene trascinato fuori dal recipiente verso il vuoto preliminare mediante un cilindro rotante ad alta velocità all'interno di un involucro ermeticamente sigillato" (Fig. 10).

Il vuoto misurato da S. Dushman (1883-1954)¹⁰ era di 5×10^{-5} Pa. [23].

L'inizio del ventesimo secolo portò molte invenzioni anche nel campo delle misurazioni di vuoto perché il fisico danese M.H.C. Knudsen (1871-1949), oltre a dare tanti contributi alla teoria cinetica dei gas [24], inventò il misuratore detto appunto di Knudsen¹¹ (cosiddetto misuratore a frizione) [25].

Esso è basato sul trasferimento di quantità di moto dalle particelle del gas ad una superficie sospesa all'interno della camera in cui si vuol misurare il valore della pressione: una piastra sottile è sospesa tra due elementi uno dei quali è riscaldato mentre l'altro è mantenuto alla temperatura dell'involucro in cui è inserito il vacuometro (Fig. 11 a). Le molecole del gas vicine all'elemento riscaldante colpiscono il lato della piastrina con energia maggiore delle altre e quindi l'elemento sensibile è in rotazione [26]. Dalla frequenza di rotazione si ricava il valore della pressione¹²

Questo misuratore è l'antenato di tutta una serie di misuratori con elementi in sospensione e degli ormai famosi "spinning rotor gauges" (Fig. 11 b) che sono stati dapprima studiati da W. Beams e al. [25] e poi da K. Fremerey [27], in questo caso la sospensione e la rotazione di una sferetta metallica sono ottenute con una combinazione di campi magnetici. Sono strumenti molto precisi e per questo studiati negli istituti

metrologici [28] e sono utilizzati come campioni secondari di riferimento e di trasferimento per confrontare tra loro sistemi di taratura di vacuometri [29].

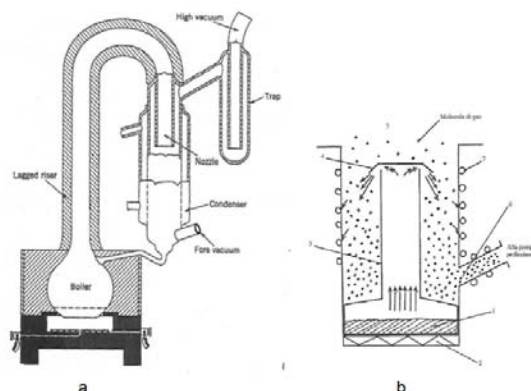


Figura 12: Pompe a diffusione di mercurio di Langmuir: a con ugello cilindrico [9], b con ugello a ombrella (1 fluido motore, 2 fornello riscaldante, 3 camino, 4 ugello attraverso il quale escono a ombrella i vapori risaliti nel camino che trascinano il gas residuo che viene poi pompato da una pompa ausiliaria).

Nel 1906, Marcello Pirani (1880-1968) sviluppò la sua più importante invenzione, un nuovo tipo di vacuometro. Si basa sulla perdita di calore da parte di un filamento per trasferimento al gas circostante e alle pareti del misuratore e, cioè, si osserva il cambiamento di resistività di un filamento di tantalio e platino (oggi si usano tungsteno, platino e nichel) al variare della sua temperatura [30], a sua volta legata alla pressione del gas. Si determina quindi la pressione misurando una grandezza ad essa correlata come la resistenza elettrica. È il ben noto ed ancora oggi molto usato vacuometro a conducibilità termica conosciuto semplicemente come "il Pirani". Pirani lavorò per molti anni presso la Siemens&Halske di Berlino dove si occupava della promozione della produzione di lampadine elettriche. Utilizzava per la misura della pressione nell'impianto di produzione dei McLeod che causavano molti problemi in parte dovuti a contaminazione da mercurio a causa della sua elevata tensione di vapore ed erano soggetti a frequenti rotture essendo in vetro. Con l'introduzione dei vacuometri a conducibilità termica i McLeod venivano utilizzati soltanto per la taratura degli strumenti di lavoro e trattati quindi con maggior cura.

¹⁰È molto noto e tutt'ora usato il suo libro "Scientific Foundations of Vacuum Technique" (1922 e 1949). Questo testo fu completamente revisionato nel 1961 dal suo collega James Lafferty. Le principali ricerche di Dushman riguardano la meccanica quantistica, le forze elettromotrici, la struttura atomica e le emissioni elettroniche.

¹¹Fu ricercatore alla Technical University of Denmark, dove ricevette una medaglia d'oro nel 1895 e divenne professore nel 1912. Nel 1934 pubblicò "The Kinetic Theory of Gases" uno dei testi fondamentali. A lui si deve il numero di Knudsen (un numero adimensionale che rappresenta il rapporto tra il cammino libero medio di una molecola e lo spazio entro cui tale molecola si muove), lo strato di Knudsen (che rappresenta l'interfase tra liquido e vapore), il gas di Knudsen (un modello teorico che ignora le collisioni tra le molecole del gas), il manometro assoluto di Knudsen e la pompa di Knudsen.

¹²Per il modo di funzionare di tutti i vacuometri cui si fa cenno e che sono ampiamente utilizzati oggi si possono consultare i testi in bibliografia o le dispense di corsi di fisica anche on line come per esempio:
http://www.roma1.infn.it/people/luci/labo_termo/Vuoto_parte2.pdf.

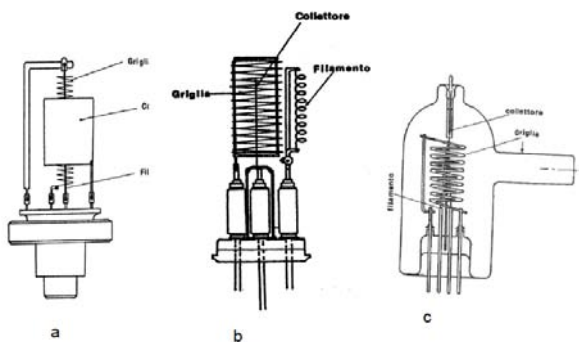


Figura 13: Schema di vacuometri a ionizzazione a confronto: a Geometria del vacuometro a ionizzazione tradizionale, b Bayard-Alpert nudo, c Bayard-Alpert in bulbo [36]. Questo limite si riteneva che fosse dovuto non al sistema di misura ma alle pompe.

Questo limite si riteneva che fosse dovuto non al sistema di misura ma alle pompe utilizzate, cioè le pompe a diffusione la cui velocità di pompaggio doveva azzerarsi a 10^{-6} Pa. Alla fine del 1930 non si era capaci di misurare pressioni inferiori a 10^{-6} Pa e noi, oggi, ne conosciamo il motivo (presenza di raggi X molli) che fu ipotizzato nel 1947 da Wayne Nottingham che, al primo incontro post-bellico "Physical Electronics Conference" tenuto al MIT, ipotizzò che il limite di 10^{-6} Pa non fosse dovuto alle pompe bensì al sistema di misura e cioè che fosse legato ai raggi X emessi dalla griglia per bombardamento degli elettroni provenienti dal filamento; questi raggi X colpendo il collettore provocano l'emissione di altri elettroni; il collettore così privato di cariche negative evidenzia una corrente positiva non distinguibile da quella dovuta agli ioni del gas residuo. La soluzione del problema risiede, dunque, nella conoscenza del modo di operare dei vacuometri e quindi dell'interazione dello strumento di misura con la grandezza da misurare.

Seguono vari tentativi in diversi paesi (USA, UK, Polonia, URSS, ...) [33] per ridurre l'effetto dei raggi X ma la più brillante e pratica soluzione fu prospettata nel 1950 da Bayard e Alpert, che, alla "Physical Electronics conference" al MIT, descrissero un metodo elegante per ridurre i raggi X, permettendo di misurare pressioni ultime di 10^{-9} Pa [34], ed inventarono una nuova geometria in cui le dimensioni del collettore sono fortemente ridotte (Fig. 13 b). Tuttavia anche

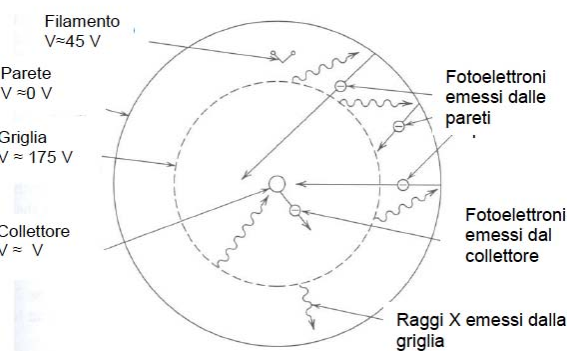


Figura 14: Interazioni del misuratore con l'ambiente in vuoto.

in questo caso si hanno fenomeni fisici che influiscono sul risultato della misurazione, come illustrato nella Fig. 14.

Questa nuova possibilità di misura ha rappresentato una vera pietra miliare permettendo lo sviluppo di moltissimi sistemi da vuoto in vetro, vetro-metallo, tutto metallo. Ha trascinato lo sviluppo di nuove pompe, di componenti e lo studio del comportamento dei materiali. Si riavviò il processo di ideazione e sviluppo di nuove pompe con scoperte ed impieghi di principi fisici del tutto nuovi come per esempio la scoperta delle cosiddette pompe a cattura, che intrappolano il gas sulla loro superficie tra le quali le ormai notissime [24, 31, 35, 36]:

1. pompe ioniche
2. pompe basate sulla chemisorzione (getter)
3. pompe basate sull'assorbimento fisico (crio-pompe)
4. miglioramento delle pompe turbomolecolari.

che appartengono ai giorni nostri e sono da molto tempo a catalogo delle principali industrie costruttrici di componenti per ultra-alto vuoto. Intorno alla metà del ventesimo secolo incominciano a comparire articoli che descrivono sistemi in grado di raggiungere vuoti molto spinti così come quello presentato nel 1958 da A. Venema e M. Badringa [37] che descrive un sistema in vetro fornito di pompa a diffusione di mercurio in grado di raggiungere pressioni dell'ordine di 10^{-10} Pa.

Intorno al 1960 si situa lo sviluppo significativo della tecnologia dell'ultra alto vuoto. Diventano

disponibili commercialmente flange metalliche con guarnizioni di rame (la famosa conflat) e pompe turbomolecolari, oltre alle ioniche ed alle criogeniche.

Diventa importante non solo misurare la pressione totale ma anche conoscere i tipi di molecole presenti nel sistema; si miniaturizzano spettrometri di massa a deflessione magnetica (1960)¹³ Nel 1958 W. Paul¹⁴ [38] descrive per primo lo spettrometro di massa a campo quadrupolare per l'analisi del gas residuo [39, 40, 41]. A. Davis descrive un tipico sistema per ultra-alto vuoto costituito da un sistema tutto metallico, pompa sputter ion, spettrometro di massa a deflessione magnetica con moltiplicatore di elettroni. Si raggiungevano pressioni totali ultime dell'ordine di 10^{-11} Pa, e pressioni parziali dell'ordine di 10^{-14} Pa. Un'altra data importante è il 1963, anno in cui viene identificato un altro fenomeno che limita la pressione ultima misurabile: il desorbimento di neutri e ioni positivi causato dal bombardamento elettronico degli strati di gas adsorbito sul materiale della griglia (o della sorgente ionica degli analizzatori di gas residuo). Si tratta del noto ESD= Electron Stimulated Desorption. Tali ioni non possono essere distinti dagli ioni dovuti al gas residuo.

Tra la fine degli anni sessanta e l'inizio degli anni settanta si costruiscono impianti, validi ancora oggi, equipaggiati con pompe ioniche e criogeniche, dotati di Bayard-Alpert e con guarnizioni in rame o anche in oro, per la produzione di film sottili. Ovviamente si tratta di impianti interamente metallici e in molti casi riscaldabili e sovente sono forniti di spettrometro quadrupolare e, nel caso che siano usati per la produzione di film sottili, di sorgenti di evaporazione a cannone elettronico. In seguito la ricerca di vuoti sempre più spinti (UHV=Ultra High Vacuum e XHV=Extremely High Vacuum) è stata stimolata dalle ricerche collegate con gli acceleratori di particelle e nel 1977 C. Benvenuti descrive un si-

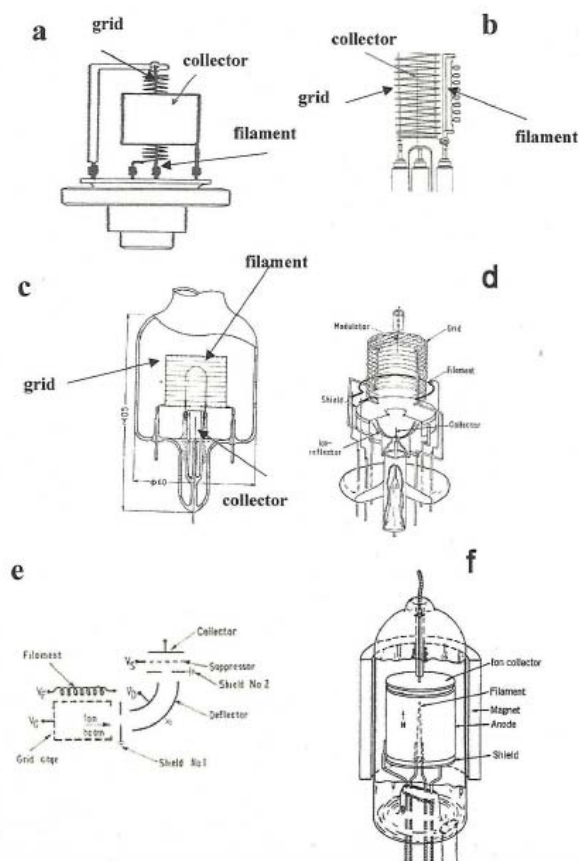


Figura 15: Confronto tra alcune geometrie di Vacuometri a ionizzazione a catodo caldo: a triodo tradizionale, b B-A, c vacuometro di Groskowsky, d vacuometro a estrattore di Redhead, e vacuometro di Helmer, f vacuometro a catodo caldo di Lafferty [29].

stema (e vacuometro) che raggiunge condizioni di XHV di 10^{-12} Pa, costituito da combinazioni di varie pompe (sputter-ion, criogeniche, getter non evaporabili) e vacuometri a ionizzazione speciale (Bent-beam).

Come si è visto, i nuovi campi di misura hanno reso possibili molte nuove realizzazioni di sistemi, componenti, nuove pompe basate su nuovi principi fisici. Moltissime pubblicazioni prendono in esame materiali e metodi per la loro pulizia, da quella chimica al bombardamento ionico, ma il limite di vuoto ultimo è ancora oggi dovuto agli strumenti di misura; infatti vacuometri a ionizzazione e spettrometri di massa sono sorgenti di gas e perturbano la misura.

Con lo scopo di estendere sempre più il limite delle più basse pressioni misurabili, tra il 1960 ed 1980 si situano molti miglioramenti dei vacuometri esistenti e la realizzazione di nuovi. Se ne citano solo alcuni. P. A. Redhead e al. nel

¹³Gli spettrometri di massa furono introdotti nel 1912 da Joseph Thomson e da Francis Aston. Entrambi ebbero il premio Nobel: Thomson nel 1906 e Aston nel 1922. Gli spettrometri a deflessione magnetica si basano sulla deviazione subita da un fascio di ioni in presenza di un campo elettrico e di un campo magnetico e sono poi rivelati in vario modo, all'inizio su lastre fotografiche.

¹⁴Nel 1989 divise il premio Nobel con N. F. Ramsey e H. G. Dehmelt, per questa invenzione.

1960 aggiunse un elettrodo¹⁵ al Bayard-Alpert simile al collettore e posto nello spazio interno alla griglia per servire come modulatore per misurare la corrente residua e valutare la corrente vera di ioni e J. M. Lafferty descrisse un vacuometro a catodo caldo con moltiplicatore di elettroni (SEM=Secondary Electron Multiplier) capace di misurare pressioni fino a 10-15 Pa. Nel 1966 Helmer rese commerciale il suo vacuometro, ma lo è stato per un breve periodo [42].

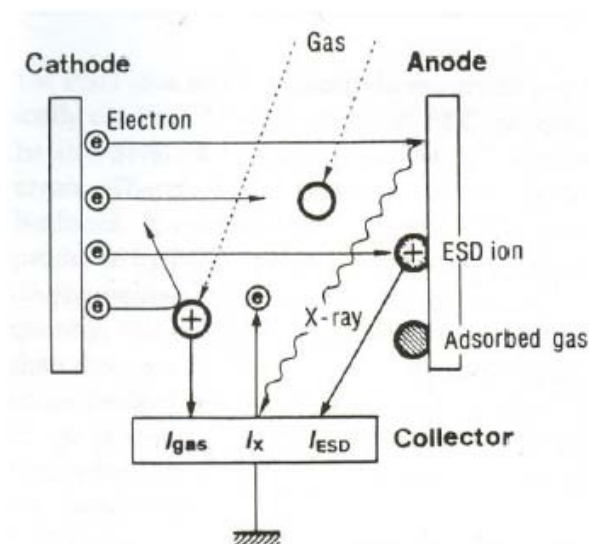


Figura 16: *Fenomeni fisici in un vacuometro a ionizzazione, oltre ai raggi X, si hanno ioni prodotti per stimolazione elettronica [52].*

C. Benvenuti e M.H. Hauer nel 1980 presentarono all'Ottavo Congresso Internazionale del Vuoto i risultati di loro numerosi studi, eseguiti al CERN di Ginevra, su sistemi ad ultra alto vuoto in cui si raggiungevano pressioni fino a 2.5×10^{-12} Pa misurate con un vacuometro tipo Helmer migliorato con un catodo di tungsteno toriato e con il diametro della griglia allargato ed altri miglioramenti [43]. Le realizzazioni di impianti vanno di pari passo con lo studio di misuratori atti a rivelare sempre più ampi campi di pressione. Infatti, molti studi sono stati condotti sui limiti sia ad alta sia a bassa pressione di va-

cuometri sia a catodo caldo [44, 45, 46, 47, 48, 49] sia a catodo freddo del tipo Penning e magnetron che, con l'introduzione di un campo magnetico, consentono di allungare il cammino degli elettroni e ridurre la corrente di emissione dal filamento [50].

Si è così passati dalla tecnologia dell'ultra-alto vuoto (UHV, $\simeq 10^{-6}$ Pa $> p > 10^{-10}$ Pa), a quella del vuoto estremamente basso (XHV, $\simeq 10^{-10}$ Pa $> p > 10^{-13}$ Pa). Qui si situa, oltre ai lavori già citati a cavallo tra i due intervalli di pressione, la serie di lavori di Fumio Watanabe che analizzò le varie realizzazioni di misuratori di vuoto nella sua "never-ending story towards XHV pressure measurements" [51]. Egli condusse numerosi studi sul desorbimento da vari materiali e sui vari fenomeni fisici (Fig. 15) che influenzano le misure di vuoto. Partendo dalla considerazione che il limite di raggi X del vacuometro B-A è stato ridotto di 500 volte riducendo le dimensioni del collettore, ha pensato che si potesse ridurre ulteriormente tale limite diminuendo ancora la dimensione del collettore fino a "zero". Dal momento che è impossibile realizzare un collettore di dimensioni nulle, F. Watanabe [53, 54, 55, 56, 57] ha adottato il collettore virtuale o puntiforme e la disposizione di collettore, griglia e filamento non allineati. Tuttavia è giunto alla conclusione che non fosse possibile ridurre il limite inferiore di pressione oltre 10^{-13} Pa perché continuano ad essere presenti effetti dovuti ai raggi X così come il desorbimento dai materiali presenti nel sistema ed anche emissione di ioni per stimolazione elettronica.

In tempi recenti è stata realizzata la miniaturizzazione di vacuometri a scala millimetrica o anche micrometrica, anche se in alcuni casi i principi fondamentali della fisica non consentono una drastica miniaturizzazione. Come descritto da S. Wilfert e Chr. Edelman [58] possono essere considerati due metodi per ridurre drasticamente le dimensioni dei vacuometri:

- disporre di misuratori in cui l'unità di controllo e misura è montata sul sensore stesso, per ridurre l'influenza dei cavi;
- ridurre il volume del vacuometro per montarne più di uno nella camera di prova e diversi sensori nello stesso sistema e produrre con le moderne tecnologie un gran numero di misuratori e, conseguentemente, anche abbassarne il prezzo.

¹⁵La più bassa pressione misurabile con un Bayard-Alpert è limitata dalla corrente residua che è indipendente dalla pressione. Essa è il risultato della fotoemissione dal collettore di ioni causata dai raggi X molli e da radiazioni ultra violette emesse dal filamento. L'introduzione del nuovo elettrodo che può essere o alla tensione di griglia o quella del collettore. Si veda al proposito la breve nota di P.A. Redhead, Modulated Bayard-Alpert gauge su Rev. Sci. Instrum, 1959, 31, 343-344.

Mentre può essere relativamente facile produrre vacuometri miniaturizzati per pressione fino a 1 Pa (diaframma), 10^{-3} (spinning rotor) o anche 10^{-5} Pa (sensori termici a film sottile) appare meno praticabile miniaturizzare i vacuometri a ionizzazione senza una riduzione drastica della loro sensibilità [33].

Necessità di tarature

Tutti i misuratori che sono stati presi in esame sono di tipo secondario¹⁶, eccetto le colonne di liquido, quindi necessitano di riferimenti primari. Inoltre tutti i vacuometri sia a ionizzazione sia a conducibilità termica variano il loro comportamento (sensibilità) con il tipo di gas presente nel sistema. Knudsen ha tarato il suo vacuometro con un sistema basato sull'espansione statica. Da allora i sistemi primari sono stati costruiti a livello industriale o di laboratorio di ricerca, ma attualmente sono pressoché disponibili solo presso gli Istituti Nazionali di Metrologia (NMI) che sviluppano strumentazione in cui la pressione viene misurata direttamente come una forza su una superficie o in sistemi in cui la pressione viene calcolata dalle leggi del gas da misure di grandezze di base del Sistema Internazionale di unità di misura [22, 59, 60, 61, 62]. Per pressioni inferiori a 10^{-3} Pa fino a 10^{-4} Pa, sono disponibili diversi sistemi di NMI (Germania, India, Italia, Corea, Regno Unito, ecc.) basati sull'espansione statica, o metodo di Knudsen, mediante espansione singola o multipla. Con espansione multipla la pressione varia da pochi Pascal fino a 10^{-5} – 10^{-6} Pa [59] con incertezza relativa di poche parti in 10^{-4} o 10^{-3} , il cui valore aumenta con il numero dei volumi coinvolti. Per pressioni inferiori a 10^{-1} Pa fino a 10^{-7} Pa sono disponibili sistemi basati sull'espansione continua o dinamica descritta per la prima volta da Normand [61]. Tali dispositivi sono generalmente costituiti da una camera di taratura collegata ad una camera di pompaggio attraverso

so una conduttanza. Il sistema di pompaggio è spesso una combinazione di pompe turbomolecolari e meccaniche e la conduttanza è più simile possibile ad un foro in parete sottile per poterne calcolare il valore mediante metodi analitici o di Monte Carlo [29, 63, 64]. Questi impianti devono essere dotati di un sistema di generazione e misurazione del flusso di gas che spesso è basato sul metodo a volume variabile e pressione costante [65, 66]. Il limite inferiore può essere compreso tra 10^{-6} e 10^{-7} Pa. Per pressioni più basse, dal punto di vista storico va menzionato il sistema di fasci molecolari del PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt) realizzato molti anni fa da G. Messer e G. Grosse [67]. Per tarature nel campo di XHV per il momento l'unica possibilità è collegata all'utilizzo del metodo di espansione continua con un divisore di flusso gas [59, 69]. Ma anche con il divisore di flusso i sistemi primari non coprono il campo di misura completo di tutti i misuratori a ionizzazione disponibili. Per studiare il comportamento di vacuometri a ionizzazione sono stati costruiti diversi piccoli sistemi raggiungendo pressioni [69] inferiori a 10^{-11} Pa. A questi livelli uno dei principali inconvenienti è rappresentato dal degassamento dalle pareti della camera. Sono stati eseguiti studi con camere ricoperte di TiN e pompate con pompe turbomolecolari in grado di raggiungere vuoti nel campo di 1×10^{-9} Pa.

Conclusioni

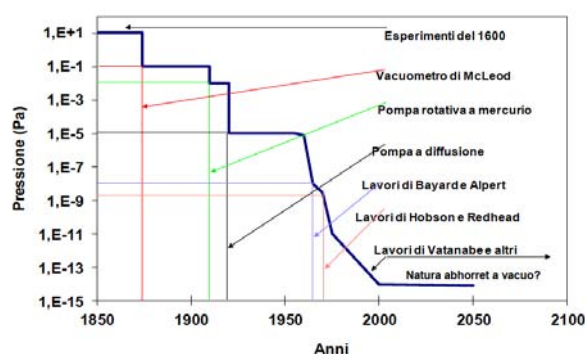


Figura 17: I periodi più importanti nello sviluppo della tecnologia del vuoto.

I tre citati esperimenti, insieme con molti altri, sono ancora oggi considerati da quanti misurano la pressione atmosferica, realizzano e misurano basse pressioni delle vere e proprie pietre miliari.

¹⁶Si intende per secondario uno strumento in cui la grandezza da misurare è derivata da misurazioni di altre grandezze da cui essa dipende, per esempio la deformazione di una membrana, la variazione di resistenza elettrica di un filamento o la corrente di ioni. Pertanto per la loro taratura è necessario costruire sistemi riferiti direttamente alle grandezze del Sistema Internazionale di unità di misura.

Non è esagerato dire che quegli esperimenti, che a noi oggi appaiono quasi elementari, furono altamente innovativi e complessi; essi diedero l'avvio a moltissimi altri esperimenti e speculazioni teoriche che hanno portato al grande impianto della teoria cinetica dei gas ed alle grandi realizzazioni tecnologiche dei secoli successivi. Anche nel nostro secolo vi sono state molte figure di scienziati, da Clausius a Dushman, a Gaede, a Knudsen, a Langmuir, a Pirani, a Alpert, per citarne solo alcuni, che hanno reso possibile con i loro studi ed esperienze la realizzazione di vuoti sempre più spinti e la possibilità di misurare pressioni sempre più basse a partire dall'atmosfera. Tuttavia per molto tempo la tecnologia languì (Fig.17) fino alla fine del diciannovesimo secolo per mancanza di applicazioni.

Soltanto quando si svilupparono industrie che richiedevano atmosfere sempre più rarefatte, come per esempio per la produzione delle lampade o, poi, per lo sviluppo dell'industria elettronica si ebbero delle nuove invenzioni. Poi, via via, si dovette rispondere alle esigenze del mondo della ricerca e si fecero dei salti in avanti nel raggiungimento di vuoti sempre più spinti e nella necessità di poterli quantificare in modo adeguato. Come si può vedere dalla Fig. 17 tra la fine del diciannovesimo e l'inizio del ventesimo secolo c'è un gran fiorire di ricerche e realizzazioni volte a misurare il vuoto dapprima non molto spinto e via via verso l'ultra alto vuoto. Infatti nel 1874 Mcleod inventò il famoso vacuometro a compressione che rimase fin quasi ai giorni nostri il più diffuso misuratore primario. Il secondo grande impulso, nel nostro secolo, venne dall'industria nucleare e della televisione e, nel campo della ricerca, dalla necessità di costruire acceleratori di particelle con vuoti ultra-spinti e impianti per la fusione termonucleare controllata.

Va infine notato che a mano a mano che i sistemi si facevano più sofisticati si rendeva necessario sviluppare metodi e mezzi per la ricerca delle perdite. Per fare ciò nel campo delle tecnologie qui considerate sono strumenti utili sia i vacuometri sia gli spettrometri di massa. Ma la ricerca delle perdite in un più ampio campo di applicazioni costituisce oggi una disciplina a parte con sue regole e norme.



Tipo di vacuometro	Intervallo di pressione (Pa)	Primo sviluppo
Colonne a liquido manobarometro a mercurio	$10^5 - 10$	metà 1600
Meccanici diaframmi vari Bourdon diaframmi capacitivi	$10^5 - 10$ $10^5 - 3000$ $10^5 - 10^{-2}$	Leibniz 1702 Bourdon metà 1800 Olsen e Hirst 1929
Compressione McLeod	$1 - 10^{-5}$	McLeod 1874
Viscosità vacuometro a torsione fibra oscillante	$100 - 10^{-2}$ $100 - 10^{-2}$	Sutherland 1897 Langmuir 1913
Trasferimento di quantità di moto radiometro di Knudsen	$1000 - 10^{-1}$	Knudsen 1910
Conducibilità termica Pirani termocoppia	atmosfera - 10^{-1} atmosfera - 10^{-1}	Pirani 1906 Voegé 1906
Ionizzazione catodo caldo con collettore grande catodo freddo	$10^{-1} - 10^{-6}$ $10^{-1} - 10^{-4}$	Von Bayer 1909 Pening 1937

Figura 18: Dal 1660 al 1945

Tipo di vacuometro	Intervallo di pressione (Pa)	Primo sviluppo
Catodo caldo Bayard - Alpert Bayard - Alpert modulato Estrattore Helmer Magnetron a catodo caldo Realizzazioni varie	$10^{-2} - 10^{-9}$ $10^{-2} - 10^{-11}$ $10^{-2} - 10^{-10}$ $10^{-3} - 10^{-12}$ $10^{-4} - 10^{-16}$ $10^{-2} - 10^{-12}$	Bayard - Alpert 1950 Redhead 1960 Redhead 1966 Helmer - Hayward 1964 Conn - Daglish 1954 da Groszkowski (1960-1970) a Watanabe (dopo 1990)
Catodo freddo Magnetron invertito Magnetron Radioattivi	$10^{-2} - 10^{-10}$ $10^{-3} - 10^{-11}$ $300 - 10^{-2}$	Beck - Brisbane 1952 Redhead 1959 Dowling - Hellen 1946
Trasferimento di quantità di rotazione (spinning rotor)	$1 - 10^{-3}$	Fremerey dopo il 1970
Diaframmi	$10^5 - 10$	autori vari fino ad oggi
Conducibilità termica	$10^4 - 10^{-1}$	autori vari fino ad oggi

Figura 19: Dal 1945 ad oggi

- [1] F. Scandone, Introduzione al primo numero della rivista specializzata "il vuoto, scienza e tecnica", V.1, N.1 Sett. (1968).
- [2] J. Sparnaay, Adventures in vacuum, North Holland, (1992).
- [3] E. Madey, Early applications of vacuum, J.V.Sci.Technol, A2 (2), (1984), 110-117
- [4] J.M. Lafferty, History of American Vacuum Society, J. Vac. Sci. Tech. A(2)2, 1984, pp. 104 - 109

- [5] W.E.K. Middleton, The history of the Barometer, Johns Hopkins University, Baltimore, 1964, pp. 3 - 5 (libro)
- [6] R. N. Peacock, Vacuum gauges in Foundation of vacuum science and technology ed. Da J.M. Lafferty, John Wiley and Sons New York 1997
- [7] M.Bergoglio, A. Calcatelli, L'eredità di Torricelli, la misura delle grandezze fisiche, Atti della Società Torricelliana di Scienze e Lettere, Faenza, 1997
- [8] Breve storia della meteorologia a Firenze dalle origini a oggi, edito da G. Macchi, Firenze 1991
- [9] P.A. Redhead, The Ultimate Vacuum, Vacuum, V.53, 1999, 137-149
- [10] F. Affronti, Atmosfera e Meteorologia, S.T.E.M.-Mucchi, Modena, 1977
- [11] Notes and records of published on line (2012), the Royal Society, Francis Hauksbee and his air pump
- [12] L..A. Geddes, The direct and indirect measurement of blood pressure, Year book medical publishers, Chicago 1970
- [13] M. H. Hablanian, Comments on history of vacuum pumps, J. Vac. Sci. Technol. A2(2),1984, 118-125
- [14] R.H. Dekosky, William Crookes and the Quest for absolute vacuum in 1870s, in History of Vacuum Sci. and Technol. Pubblicato da American Vacuum Society, 1983, 84-101
- [15] H. McLeod, Apparatus for measurements of pressure of gas, Phyl. Mag. 48, 1874, 3-8
- [16] J. H. Leck, Pressure measurements in Vacuum Systems, Chapman&hall, 1964 (libro)
- [17] R. K. Waits, Edison's vacuum technology patents, J.Vac.Sci. Technol. A2(1), 4, 2003, 881-891
- [18] brevetto francese n. 1849, brevetto U.S.A. 1852
- [19] J. Sullivan, development of variable capacitance pressure transducers for vacuum applications, J. Vac. Sci. Technol. A3 (3), 1985, 1721-1730
- [20] A. Calcatelli et al. Results of the regional Key comparison EUROMET.M.P.K1.a in the pressure range from 0,1 Pa to 1000 Pa, Metrologia V. 42, 07004, 2005
- [21] M. Bergoglio, A. Calcatelli, The physical measurement of pressure in SI units and the extension to lower pressure, Vacuum V64, 2002, 153-162
- [22] M. Dunkel, Memories of Wolfgang Gaede on occasion of 100th anniversary of his birth, Vacuum, V. 29, N.1, 11979, 3-8
- [23] High vacuum pumps in History of vacuum Sci. and Technol. Pubblicato da American Vacuum Society, 1983, 122-136
- [24] M. Knudsen, The Kinetic Theory of Gases, Methuen &Co Ltd, London, 1934
- [25] W. Steckelmacher, Knudsen Gauges, Vacuum, 1957, V.1, N. 4, 266-282
- [26] W. Beams, D. M. Spitzer and J.P. Wade, Spinning rotor pressure gauge, Rev.Sci.Instrum. V. 33, 1962, 151-155
- [27] J. K. Fremerey, Spinning rotor vacuum gauges, Vacuum, V. 32, N.10/11, 1982, 685-690
- [28] P. Rohl and W. Jitschin, Performances of the spinning rotor gauge with novel transport device as a transfer standard for high vacuum, Vacuum, V.88 N.7, 1988, 507-509
- [29] A. Calcatelli, Vacuum Measurements and gauge calibration, V.39,7-8, 1989, 799-807
- [30] H. Adam and W. Steckelmacher, Marcello Piani(1880-1968). History of vacuum science and Technology, V.2, A volume commemorating the 40h anniversary of the American Vacuum Society, edited by P.A. Redhead y AVS, 1994
- [31] Foundations of vacuum science and technology, ed. J. M. Lafferty, 1997 (libro)
- [32] O.E. Buckley, An ionization manometer, Proc. Natl. Acad. Sci.,2, 1916, 683-685
- [33] A. Calcatelli, The development of vacuum measurements down to extremely high vacuum, Measurement, 46, 2013, 1029-1039
- [34] R. Bayard and D. Alpert, extension of the low pressure range of ionization gauge, Rev. Sci. Instrum., V. 21, 1950, 570-572
- [35] Handbook of vacuum technology, edito da K. Jousten, Wiley-Blackwell, 2008, edizione inglese
- [36] B. Ferrario, Introduzione alla tecnologia del vuoto, Paravia, Bologna 1999
- [37] A.Venema, M. Bandringa, The production and measurements of ultra-high vacua, Philips Techn. Rev, 1958/59, V. 20, N. 6, 145- 176
- [38] W. Paul, Electromagnetic traps for charged and neutral particles, Nobel Lecture, December 8, 1989
- [39] P. H. Dawson, Quadrupole mass spectrometry and its applications. New York, AIP, 1995.
- [40] J. Roboz, Introduction to mass spectrometry, inter-science publishers, New York, 1968
- [41] Autori vari, Quadrupole massspectrometry and its application, Ed P. Dowson, Elsevier Scientific Publishing Co., New York,1976
- [42] P.A. Redhead, J.P.Hobson, E.U.Kornelsen, The physical Basis of Ultra-high vacuum, American Institute of Physics, 1994 (libro)
- [43] C. Benvenuti and M.H.Hauer, Proceeding of Eight International Vacuum Congree, Cannes, 1980, V.II,199
- [44] H. Kuo, An approach to the non-linearity of an ionization vacuum gauge at the upper limit of the measured pressure, Vacuum V. 31N. 7, 1981, 303-308
- [45] G.K.T. Conn and al., A thermionic ionization gauge of high sensitivity imploing a magnetic field, Rev. Sci. Instrum., 31, 1954, 412-416
- [46] J. M. Lafferty, Boride cathodes, J. Appl. Phys., V. 22 N. 3, 1951, 299-309
- [47] H. U. Becker and G. Messer, Sensitivity dependence on collector surface properties in ion gauges, Proc 8th Intern. Vac. Congr. Cannes, 1980, 234-237
- [48] P. E. Gear, The choice of cathode material in a hot cathode ionization gauge, Vacuum, Vol 26 N.1, 1976, 3-10

- [49] P. A. Redhead, The magnetron gauge: a cold-cathode vacuum gauge, *Ca. J. Phys.* Vol. 37, 1959, 1260-1271
- [50] F. Watanabe, My never-ending story towards XHV pressure measurements, *Vacuum*, 53 (1999), 151
- [51] F. Watanabe, My never-ending story towards XHV pressure measurements, *Vacuum*, 53 (1999), 151
- [52] F. Watanabe, Total pressure measurements down to 10-12 Pa without electron stimulated desorption ions, *J. Vac. Sci. Technol.*, A11 (4), Ju/aug 1993, 1620
- [53] F. Watanabe, Point collector ionization gauge with spherical grid for measuring pressures lower than 10-11 Pa, *J. Vac. Sci. Technol.*, A 5 (2), 1987, 242-248
- [54] F. Watanabe, Ion spectroscopy gauge: Total pressure measurements down to 10-12 Pa with discrimination against electron-stimulated-desorption ions *J. Vac. Sci. Technol.*, A 10 (5), 1992, 3333-3339
- [55] F. Watanabe, Dominance of electron-stimulated desorption neutral species in ultra-high vacuum pressure measurements, *Vacuum*, 52, 1999, 333-338
- [56] F. Watanabe, H. Ishimaru, Separation of gas phase and electron-stimulated desorption ions in the modulated-ion-current pressure gauge, *J. Vac. Sci. Technol.*, A 5 (5), 1987, 2924-2926
- [57] F. Watanabe, S. Hiramatsu and H. Ishimaru, Modulating ion current pressure gauge, *Vacuum* V. 33 N. 5, 1983, 571-578
- [58] St. Wilfert, Chr. Edelmann, Miniaturized vacuum gauges, *J. Vac. Sci. Technol.*, A 22(2), 2004, 309-3020
- [59] K. Jousten, Calibration and standards, in *Foundations of vacuum science and technology*, edited by J. M. Lafferty, John Wiley and sons, USA, 1997, 657-699
- [60] J. Greenwood, The reference gauge technique for static expansion ratio applied to NPL medium vacuum standard SEA3, *Vacuum*, V. 81, N. 4, 2006, 427-433
- [61] C. E. Normand, Use of a standard orifice in the calibration of vacuum gauges, *Trans. VIII AVS Annual Symp.*, 1, 1961, 534-543
- [62] C. R. Tilford, S. Dittmann and K.E. McCulloh, The national Bureau of Standards primary high-vacuum standard, *J. vac. Sci. Technol.*, A6(5), 1988, 2853-2859
- [63] B. P. Buttler, V. Music, F.J. Redgrave, Influence of the orifice geometry on the simplification of transmission probability calculations, *Vacuum* V.53, 1999, 163-166
- [64] M. Nniewinski, P. Szwemin, A. Calcatelli and M. Bergoglio, Evaluation of the conductance of the orifice of the new CNR-IMGC dynamic expander, *Metrologia*, v. 36, n.6, 1999, 555-559
- [65] A. Calcatelli, G. Reiteri and G. Rumiano, Gas flow measurements connected with the continuous expansion system, *Proc. Int. Symp. On pressure/vacuum*, IMEKO Tc 16, Sept. 2003, Beijing, Acta Metrologica Sinica Press, 29-35
- [66] K. Jousten, H. Menzer, D. Wandrey and R. Nieprashk, New fully automated, primary standard for generating vacuum pressures between 10-10 Pa and 3×10^{-2} Pa with respect to residual pressure, *Metrologia* V. 36, N. 6, 1999, 493-497
- [67] G. Grosse and G. Messer, Calibration of vacuum gauges at pressure below 10-9 mbar with a molecular beam method, *Proc. Eight Int. congress*, Sept 22-26, 1980, Cannes, vol II, 255-258]
- [68] S. S. Hong, Y. H. Shin and K. H. Chung, measurement uncertainties for vacuum standards at Korea Institute of Standard and Science, *J. Vac. Sci. Technol.* A24(5), 2006, 1831-1838 27
- [69] H. Akimichi, M. Hirata, Generation and pressure measurement of extremely high vacuum (XHV) using a TiN coated chamber, *Metrologia*, 42, 2005, S184-S186

Anita Calcatelli: Laureata in fisica presso l'Università di Torino con una tesi sulla particelle elementari, ha lavorato nell'industria metalmeccanica prima di essere assunta dal CNR, dove si è occupata prima delle proprietà di strati sottili e poi di scienza della misura nell'ambito della metrologia delle basse pressioni nel campo del vuoto e, in generale, applicazioni della fisica e tecnologia del vuoto, anche con incarico di responsabile di reparto e con svariati incarichi internazionali, pubblicando numerosi articoli sulle riviste del settore. L'attività didattica si svolge con corsi di tipo specialistico sia per enti vari sia in ambito universitario. Ha svolto parecchi stage in laboratori stranieri in Canada, USA, India, Cina, Corea etc. prima come discente e poi come docente anche per conto di organismi internazionali (per es. UNIDO) L'attività è descritta in più di 150 articoli su riviste specializzate, monografie, contributi a congressi internazionali. Attualmente, in pensione, svolge attività nel campo della formazione principalmente di insegnanti di materie scientifiche, nell'ambito della scienza della misura. Ha fatto parte di gruppi femministi, tra cui il Gruppo Donne e Scienza di Torino e il Coordinamento Nazionale Donne e Scienza, interessandosi in particolare del rapporto fra le donne e la tecnologia con la presentazione di relazioni a convegni dedicati al tema donne e scienza. È socia dell'Associazione Donne e Scienza sin dalla nascita di questa organizzazione.

